

九州大学硬 X 線ビームライン(BL06/SAGA-LS)の概要と高度化

杉山 武晴

九州大学 シンクロトロン光利用研究センター

九州大学硬 X 線ビームライン(九大 BL)は、SAGA-LS/BL06 の偏向電磁石を光源とする 2.1-23 keV の硬 X 線を利用できるビームラインであり、X 線吸収微細構造(XAFS)および小角 X 線散乱(SAXS)をエンドステーションに備える。学内はもとより学外にも利用を開放しており、課題公募により年間 40 件程度の課題利用を実施している。XAFS では、透過法・転換電子収量法・蛍光法での測定が可能であり、ガス供給・除害設備(H_2 ・ H_2S ・ CO ・ CH_4 ・ SO_x ・ NO_x ・ O_2 ・ He ・ N_2 が利用可能)と組み合わせた in-situ 実験、He 置換チェンバーを使用した P、S の K 吸収端等の測定が可能である。SAXS では、カメラ長を 0.2-2.5 m の範囲で段階的に変更でき、検出器はイメージングプレート(R-Axis IV++)、リガク)を備える。

平成 25-29 年度に実施した文部科学省光・量子融合連携研究開発プログラム「量子ビーム連携によるソフトマテリアルのグリーンイノベーション」(代表 高原淳 教授)において、PILATUS3 300K (DECTRIS Ltd.、リガク)および 4 素子 SDD (Rayspec Ltd.、仁木工芸)、試料雰囲気 He 置換可能で多軸ステージを備える試料環境制御システム(理学相原精機)等を整備した。PILATUS3 300K は、X 線検出下限を 2 keV まで拡大するチューニングを実施し、P、S の K 吸収端を利用した ASAXS、更には GI 測定を実現している。また、革新的研究開発推進プログラム(ImPACT)(高原淳 教授)により高次光除去ミラーシステム等を整備した。2-4 keV 領域の X 線(Tender X-ray)による計測の高感度化が進捗し、九大 BL の特徴となっている。

一方、新たな高度化として、XAFS と X 線イメージングを組み合わせたイメージング XAFS (2D/3D)の整備を進めている。X 線 2 次元カメラ(浜ホト)および高精度試料回転ステージ(神津精機)を整備し、CT 画像再構成による断層画像の取得を実現した。更に、CREST プロジェクト(松村晶 教授)と連携し、拡大光学系の導入および入射 X 線エネルギーの掃引から、触媒試料の断層画像内での状態解析の取り組みを進めている。また、平成 31 年度に X 線 2 次元検出器(HyPix-3000、リガク)および 2 軸回転ステージ(RA20-21、神津精機)を新たに導入し、X 線回折(XRD)実験システムの開発を進めている。薄膜・粉末 X 線回折実験の整備を進めるとともに、X 線異常散乱法による解析の実現を目指している。



九州大学硬X線ビームライン(BL06/SAGA-LS)の概要と高度化

杉山 武晴 (九州大学シンクロトロン光利用研究センター)

概要

九州大学ビームライン(九大BL)は、X線吸収微細構造(XAFS)及び小角X線散乱(SAXS)をエンドステーションに備え、学内・外に利用を開放している共同利用設備である。九州大学シンクロトロン光利用研究センターが九大BLを所管しており、概算要求による機能強化経費(機能強化経費促進分)戦略③(イノベーション創出と牽引)において「ゼロエネルギー社会への変革を先導する放射光連携グリーンマテリアル教育研究」(平成28-33年度、代表 副島 雄児)を獲得し、九大BLの維持・高度化、専任人員の雇用、及び利用研究を推進している。また、九大BLの利用料収入により、運営費の自己立化を進めている。平成25-29年度においては、文部科学省光・量子融合連携研究開発プログラム「量子ビーム連携によるソフトマテリアルのグリーンイノベーション」(代表 高原 淳 教授)を実施した。

九州大学は、平成28年10月にエネルギー研究教育機構を創設し、学内の理工系部局に加えて当該センターも参画する組織として、学際融合、そしてエネルギー研究教育におけるワンストップ・ソリューションの創出を目指している。本機構の活動の一環として、九州大学エネルギーウィークを毎年開催している。エネルギーウィーク2017では、シンクロトロン光シンポジウム(平成29年2月2日)としてSAGA-LSにて開催し、浦項科学技術大学(韓国)のMoonhor Ree教授による記念講演をはじめ、九大及び各機関からの研究紹介、九大BL及び各ビームラインの見学会を行った。また、エネルギーウィーク2018では、九州大学超顕微解析研究センターとのジョイントシンポジウム(平成30年2月1日)として稲盛財団記念館(九大伊都キャンパス)にて開催し、上海科技大学の寺崎治教授の特別講演をはじめ、中川敦史教授(大阪大学)、北川宏教授(京都大学)による講演、また、ユーザーによる講演・ポスター発表を行い、シンクロトロン光と電子顕微鏡の最先端研究利用に関する議論を行った。エネルギーウィーク2019では、九州大学グリーンテクノロジー研究教育センターとのジョイントシンポジウム(平成31年2月1日)として本学筑紫キャンパスにて開催した。平成29年度からは、九州大学超顕微解析研究センターが参画する文部科学省「超顕微科学研究拠点事業」(代表 大阪大学超高压電子顕微鏡センター、平成27-33年度)と連携し、超高压電子顕微鏡法を軸に放射光プローブ分析法も含めて電顕法単独を超越した極微細構造解析による超顕微科学を推進する連携ネットワーク体制の形成を推進している。



エネルギーウィーク2017シンポジウムでの参加者集合写真



エネルギーウィーク2018ジョイントシンポジウムでの集合写真



エネルギーウィーク2019シンポジウムでの集合写真

九州大学の強みを結集した「エネルギー研究教育機構」に参画

九州大学アクションプラン(平成27年度版)に定める「エネルギー研究教育機構」の推進に参画している。同計画は、エネルギー研究教育機構の推進に参画している。同計画は、エネルギー研究教育機構の推進に参画している。



超顕微科学研究拠点事業



九大BLの仕様

光学系側面図



スペック

光源	偏向電磁石 臨界エネルギー: 1.9 keV 水平取り込み角度: 5 mrad	分光器	Si(111) 二結晶分光器
エネルギー	2.1 ~ 23 keV	集光ミラー	第一ミラー: Ptコート 第二ミラー: Rhコート
光子数	2×10^{10} photons/s (300 mA, 6.5 keV (M1集光))		



X線吸収微細構造(XAFS: X-ray Absorption Fine Structure)

XAFSは、触媒反応やレアメタル等の研究において、元素の価数や近接原子間距離の解析により、結晶構造や反応原理の究明等に利用されている。

測定モードおよび検出器

- 透過法: イオンチャンバー
- 転写電子法: 転写電子収量検出器
- 蛍光法: フォトリソグラフィ、蛍光検出器
- エネルギー掃引方式: Step scan, Quick scan
- 試料セル: 高温セル、軽元素用Heガスチャンバー
- 設備: ガス供給装置設備、Q-MASS、低温チャンバー(-25~150°C)

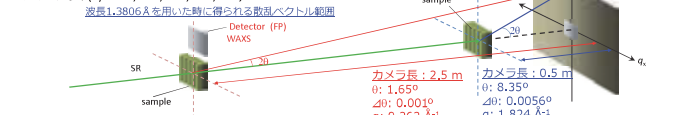


小角X線散乱(SAXS: Small Angle X-ray Scattering)

SAXSは、散乱角が数度以下の散乱X線を用いてnmオーダーの構造を解析する手法である。主に、微細な粒子サイズの測定、粒度分布、配向性を明らかにするために利用されている。また、CMOSフラットパネルを利用することで、SAXS・WAXS同時測定を可能にしている。

X線検出器

- 検出器: イメージングプレート(Rigaku R-Axis IV+, IP), CMOSフラットパネル(Hamamatsu Photonics, FP)
- カメラ長(L): 0.2, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 m

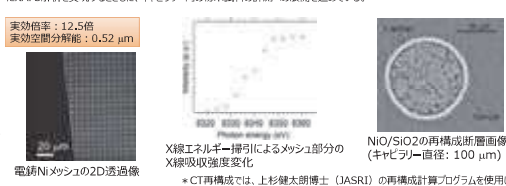


BL高度化

シンクロトロンX線を利用した微小領域のイメージング(2D/3D)及びXAFS解析の整備

【(九大・工)吉岡 聡 助教・松村 晶 教授との共同】

大型プロジェクト研究の下、2次元カメラ(C13440-20CU, 浜ホト)と拡大光学系を組み合わせた微小領域X線イメージングシステムの構築を進めている。カメラは、ピクセルサイズ: 6.5 μm、ピクセル数: 2048(H)×2048(V)、読み出し速度は最大30 fps (USB接続)である。シリンダーにLiAG結晶(1mm厚)を採用し、10倍拡大対物レンズを組み合わせ、X線透過像撮影に加工して、高精度回転試料ステージ(神津精機製)と組み合わせた連続撮影システムを構築した。一連の透過像データからCT画像再構成による断面画像の取得を実現した。電圧Niメッシュの透過像から、実効倍率12.5倍、実効空間分解能0.52 μmを確認した。X線エネルギー5 keVに組み合わせたXAFS解析を実現するとともに、キセノンの粉末試料の計測への展開を進めている。



※CT再構成では、上杉健太郎博士(JASRI)の再構成計算プログラムを使用した。

利用概況

1. 利用期間 (SAGA-LSの稼働日に準ずる)

第Ⅰ期: 4-7月、第Ⅱ期: 8-12月、第Ⅲ期: 1-3月

2. 利用区分と利用料

利用区分	利用料
公共利用等	大学および公的研究機関のうち、利用(価格)の明示が前提となる利用区分。
一般利用	上記以外の利用区分。

※申請された利用課題について技術審査・課題審査を行い採否を決定

3. 利用可能な実験装置

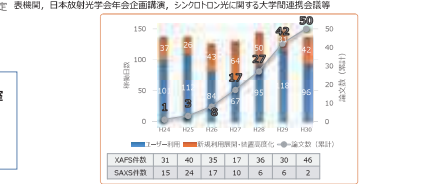
XAFS (X線吸収分光) & SAXS (小角X線散乱)

【お問い合わせ】
九州大学シンクロトロン光利用研究センター事務室
〒816-8580 福岡県春日市春日公園6丁目1番地
TEL/FAX: 092-583-7643
Email: riyuu@rcsl.kyushu-u.ac.jp
ホームページ: www.rcsl.kyushu-u.ac.jp/

論文・学会・受賞等
査読付学術論文50稿、記事・報道等15稿
招待・依頼講演22件、学会口頭発表114件、学会ポスター発表125件
アメリカ物理学会(AP)・ACS Fluoropolymer 2014 3M Award・日本レオロジー学会(高橋淳)、九州分析化学会(原田博)、第17回XAFS討論会優秀発表賞(山崎昌)、浅田一(大橋弘毅)、X線分析討論会 学生賞(山崎昌)、九州分析化学会優秀発表賞(山崎昌)

教育関連
修士論文研究5件、修士論文研究38件、卒業論文研究19件
外部資金・共同研究等
内閣府・最先端技術開発推進プログラム(InPACT)、文部科学・光・量子融合連携研究開発プログラム、特別費、民間企業共同研究、学術・長官共同研究、特許等

講演会・連携・社会活動等
九州大学エネルギーウィーク2017-2018-2019、ソフトマテリアル量子ビーム連携シンポジウム、「日本の科学」工場の未来を学ぶ(長崎)、全福岡県立大学研究推進委員会(長崎)、クローマリアネットワーク、佐賀一院と共同事業・総務学会共同研究発表(佐賀)・結晶模型の展示・工作製作体験、Spring-8ユーザー団体(SPRUC)代表機関、日本放射光学会年會企画講演、シンクロトロン光に関する大学間連携会等



文部科学省科学技術試験研究委託事業 H25-29 光・量子融合連携研究開発プログラム



量子ビーム連携によるソフトマテリアルのグリーンイノベーションの参画研究機関

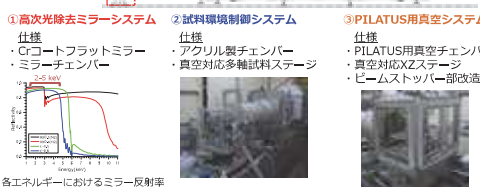
平成25-29年度において光・量子融合連携研究開発プログラム「量子ビーム連携によるソフトマテリアルのグリーンイノベーション」(代表 高原 淳 教授)を実施した。九州大学、東京大学、北九州市立大学の4大学、及びFSBL(Spring-8/BL03XU)、J-Parcと連携しながら、環境に優しいソフトマテリアルの合成触媒の開発および階層構造の解明を推進した。

プロジェクトにより整備した主な機器

- 高速2次元X線検出器: PILATUS3 300K (Dectris)
- 4素子SDD: (UK SGX Sensors)
- 高速波高分析器: Mercury-4 (XIA)
- グローブボックス: UN-800L (UNICO)
- 16CHカウンタ: CT16-01E (ツジ電子)
- 信号処理回路(FPGA): NEMBox NDL8 T (WIENER)
- 共鳴X線反射率測定システム



九大BL 低エネルギー測定システム



4 PILATUS真空対応改造

仕様・PILATUS3 300K 真空対応アップグレード



Tender X-rayを用いたSAXS測定

